

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 02-214647

(43)Date of publication of application : 27.08.1990

(51)Int.Cl.

B29C 67/04
B29C 67/20
// B29K 23:00
B29K105:04

(21)Application number : 01-034546

(22)Date of filing : 14.02.1989

(71)Applicant : NITTO DENKO CORP

(72)Inventor : ARIYOSHI TOSHIHIKO
MORIYAMA JUNICHI
NAHATA NORIKANE

(54) MANUFACTURE OF ULTRA-HIGH-MOLECULAR WEIGHT POLYETHYLENE POROUS MATERIAL

(57)Abstract:

PURPOSE: To transfer heat to the whole of a molded products and manufacture a uniform, porous material by deaerating a preliminarily molded product prepared by heating and pressurizing UHPE and then sintering the same by means of hot water vapor.

CONSTITUTION: Ultra-high-molecular weight polyethylene (UHPE) powder is filled in a mold and heated. The heated temperature $X^{\circ}\text{C}$ is the melting point of (UHPE melting point -20°C) $\leq X < \text{UHPE}$, and the heating time is approximately 30-60 minutes or more per wall thickness 1cm of a preliminarily molded product formed in an ordinary mold. Then, UHPE powder is pressurized to prepare a preliminarily molded product. Pressurizing is carried out usually by applying approximately 0.3-40kg/cm² pressure to UHPE powder and adjusting the filling height of UHPE powder in the mold. In said case, the higher the filling height is, the smaller gravity of the preliminary molded product is obtainable. Then, the preliminarily molded product is released out of the mold, contained in a pressure-resistant container and pressure reduced to approximately 0.1-10mmHg. When thus deaerated preliminarily molded product is sintered in a vapor atmosphere heated to the melting point of UHPE or above, a porous material of uniform structure is manufactured.

⑫ 公開特許公報(A) 平2-214647

⑤ Int. Cl.⁵
 B 29 C 67/04
 67/20
 // B 29 K 23:00
 105:04

識別記号 庁内整理番号
 D 6845-4F
 8517-4F

⑬ 公開 平成2年(1990)8月27日

審査請求 有 請求項の数 2 (全4頁)

⑭ 発明の名称 超高分子量ポリエチレン多孔質体の製造法

⑮ 特 願 平1-34546

⑯ 出 願 平1(1989)2月14日

⑰ 発 明 者	有 吉	俊 彦	大阪府茨木市下穂積1丁目1番2号	日東電工株式会社内
⑱ 発 明 者	森 山	順 一	大阪府茨木市下穂積1丁目1番2号	日東電工株式会社内
⑲ 発 明 者	名 畑	憲 兼	大阪府茨木市下穂積1丁目1番2号	日東電工株式会社内
⑳ 出 願 人	日 東 電 工 株 式 有 限 公 司		大阪府茨木市下穂積1丁目1番2号	

明 細 書

1. 発明の名称

超高分子量ポリエチレン多孔質体の製造法

2. 特許請求の範囲

(1) 超高分子量ポリエチレン粉末を金型に充填し、該ポリエチレンの融点よりも低い温度で加熱した後加圧することにより予備成形物を得、この予備成形物を減圧雰囲気中に置き該成形物内の空気を除去し、次いで上記ポリエチレンの融点以上に加熱された水蒸気雰囲気中で焼結した後冷却することを特徴とする超高分子量ポリエチレン多孔質体の製造法。

(2) 超高分子量ポリエチレン粉末を金型に充填し、該ポリエチレンの融点よりも低い温度で加熱した後加圧することにより予備成形物を得、この予備成形物を減圧雰囲気中に置き該成形物内の空気を除去し、次いで上記ポリエチレンの融点以上に加熱された水蒸気雰囲気中で焼結した後冷却することによりブロック状多孔質体を得、更に該多孔質

体を所定厚さに切削することを特徴とする超高分子量ポリエチレン多孔質シートの製造法。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は超高分子量ポリエチレン(以下、UHP Eと称す)から成る多孔質体の製造法に関するものである。

(従来の技術)

UHP Eは一般のポリエチレンの分子量が約10万以下であるのに対し、約50万以上(粘度法による測定値)の高分子量を有する点で特異である。

そして、UHP E成形品は種々の分野に使用され、その多孔質体も例えば、滑りシート、冷蔵庫用調湿フィルター、平面アンテナ用誘電体等に用いられている。

このようなUHP E多孔質体の製造法としては、UHP E粉末を金型に充填し、この粉末を所定圧力で加圧し、次いでUHP Eの融点以上に温度維持された加熱炉中で焼結した後冷却して金型から取り出すことによりブロック状多孔質体を得、そ

の後これを所定厚さに切削してシート状とする方法が知られている。

しかしながら、上記従来法によって得られるブロック状多孔質体は外周部近傍では比重（見かけ比重）が高く（多孔質化の度合いが低い）、中心部では比重が低い（多孔質化の度合いが高い）もので、多孔質構造が不均一である。

従って、このブロック状多孔質体をその外周部から順次切削して得られるシート状多孔質体も、切削初めの部分では比重が高く、切削終りに近づくにつれて比重が低いという不均一多孔質構造となるのが不可避である。

従来法によって得られる多孔質体の比重のバラツキ（多孔質構造の不均一さ）は、金型内での焼結工程における熱伝導の不均一さがその主因と推定される。

即ち、従来法の焼結工程において熱は金型壁を通してUHP E粉末に伝達されるので、金型壁面近傍の粉末は短時間で溶融状態となり、一方、金型壁面からの距離が大きくなるにつれて熱伝導の

遅さのために溶融状態に到達し難くなる。このため金型壁面近傍においては粉末と粉末の融着状態が密となって比重が高くなり、金型壁面から離れるにつれて粉末と粉末の融着状態が粗となって比重が低くなるのである。

（発明が解決しようとする課題）

従って、本発明は多孔質構造の均一なUHP E多孔質体を製造し得る方法を提供することを目的とする。

（課題を解決するための手段）

本発明者は従来技術の有する上記問題を解決するため種々検討の結果、金型内に充填した粉末を加圧するのに先立ち、特定温度よりも低温で加熱を行なうこと、焼結前に脱気を行なうことおよび焼結を加熱水蒸気中で行なうこと、を実行することにより、理由は明らかではないが、比重のバラツキの少ない均質な多孔質体を得られることを見出し、本発明を完成するに至った。

即ち、本発明に係るUHP E多孔質体の製造法はUHP E粉末を金型に充填し、該ポリエチレン

の融点よりも低い温度で加熱した後加圧することにより予備成形物を得、この予備成形物を減圧雰囲気中に置き該成形物内の空気を除去し、次いで上記ポリエチレンの融点以上に加熱された水蒸気雰囲気中で焼結した後冷却することを特徴とするものである。

また、本発明の他の態様においては、上記方法によって得られるブロック状多孔質体を所定厚さに切削することにより、シート状多孔質体を得ることができる。

本発明においては、まず、UHP E粉末が金型に充填され、加熱される。

この加熱温度はUHP Eの融点よりも低い温度とするが、温度（ $X^{\circ}\text{C}$ ）を下記式で示される範囲に設定するのが好適であることが、本発明者の実験によって判明した。

$$(\text{UHP Eの融点} - 20^{\circ}\text{C}) \leq X < \text{UHP Eの融点}$$

また、加熱時間は温度によって変わり得るが、通常金型内で形成される予備成形物の肉厚1cm当たり約30～60分である。

この加熱後に金型内に充填せしめられているUHP E粉末が加圧され、予備成形物が得られる。加圧は、通常、約0.3～4.0 kg/cm²の圧力をUHP E粉末に作用させ、金型内におけるUHP E粉末の充填高さを調整する方法によって行なうことができる。

金型内で形成される予備成形物の重量（金型に充填したUHP Eの重量）、予備成形物の底面積（通常は金型の底面積と同じ）、予備成形物の高さ（金型へのUHP Eの充填高さ）および予備成形物の比重の間には下記の関係式(I)が成立する。

$$\text{重量} = \text{底面積} \times \text{高さ} \times \text{比重} \cdots \cdots \cdots (I)$$

従って、上記加圧により金型へのUHP Eの充填高さを所定値にすることによって、予備成形物の比重を決定できる。即ち、同一の金型を用い、UHP E粉末の充填重量を同量とした場合には、充填高さが高い程、比重の小さな予備成形物が得られる。なお、本発明においては、比重が約0.45～0.85になるように充填高さを調整するのが作業性の点から好ましいことが判明した。

そして、本発明の方法によって得られる多孔質体の比重は、他の条件が同じであれば、予備成形物の比重と密接な関連性を有し、予備成形物の比重が高い程、その成形物を用いて得られる多孔質体の比重も高くなる。この意味において、加圧は多孔質体の比重決定工程と見ることができる。そして、加圧工程によって得られる予備成形物の比重を上記範囲に設定した場合には、後の工程の条件によって多少変わり得るが、比重が約0.60～0.80の多孔質体を得られる。

上記加圧工程によって得られる予備成形物は減圧雰囲気中に置かれる。これは予備成形物に形成された無数の気孔内の空気を除去するために行なうものである。脱気は、例えば予備成形物を金型から取り出し、耐圧容器中に入れ減圧する方法によって行なうことができる。雰囲気圧は、通常、約0.1～1.0 mmHgである。

このようにして脱気された予備成形物は、次いでUHP Eの融点以上に加熱された水蒸気雰囲気中で焼結される。

生防止のため急冷を避けるのがよく、通常、室温に放置する方法が採用される。

なお、このブロック状多孔質体を旋盤等で所定厚さに切削すれば、シート状多孔質体を得られる。(実施例)

以下、実施例により本発明を更に詳細に説明する。

実施例1

UHP E粉末(分子量300万、融点135℃)800gを金型(底面積100cm²)に充填し、温度130℃で6時間加熱する。

この加熱後、0.5 kg/cm²の圧力によりUHP E粉末の充填高さを10cmに調整し、比重0.8の丸棒状の予備成形物を得る。

次に、予備成形物を金属製耐圧容器(水蒸気導入管およびその開閉用バルブを備える)に入れ、雰囲気圧を1 mmHgとし、30分間脱気を行ない、真空ポンプを止める。

次いで、上記バルブを開き、温度160℃、圧力5.5気圧の水蒸気を減圧雰囲気中に導入し、

このとき、予備成形物は脱気状態であり、しかも水蒸気はUHP Eの融点以上に昇温するため加圧されているので、該成形物の気孔内に容易に侵入して速やかに熱を伝達し、成形物を焼結する。

このように、予備成形物の脱気状態を維持しつつ、水蒸気焼結を行なった場合には、熱が該成形物の全体に均一且つ速やかに伝達され、この結果、均一な構造を有する多孔質体を得られるのである。

従って、この加熱水蒸気による焼結工程は、前記耐圧容器に水蒸気導入管およびバルブを設けておき、予備成形物中の空気を除去した後、減圧を止め或いは減圧を続けながら、上記バルブを開き加熱水蒸気を導入する方法によって行なうのが好ましいものである。

焼結に要する時間は予備成形物の大きさ、温度等によって変わり得るが、通常、約3～6時間であり、前記従来法のそれが約48～72時間であるのに比べ短縮が可能である。

この焼結後、冷却すればブロック状のUHP E多孔質体を得られる。冷却に際しては亀裂等の発

生防止のため急冷を避けるのがよく、通常、室温に放置する方法が採用される。

そして、丸棒状多孔質体を旋盤により、周方向に沿って厚さ100μmに切削し、シート状多孔質体を得た。

このシート状多孔質体の長さ方向において、所定間隔毎に比重を測定し、得られた結果を第1図に示す。第1図において「距離0」は切削初めの部分(丸棒状多孔質体の最外周部分)を示し、距離が大きくなるにつれて切削終りの部分(丸棒状多孔質体の中心部)に近くなることを示している。

この第1図から本実施例によれば、比重0.81～0.83(気孔率に換算すると12.3～13.4%)の均一な多孔質構造を有するUHP E成形品を得られることが判る。

実施例2

充填高さの調整に際し、圧力を0.3 kg/cm²とし、高さを14.5cmとすると以外は全て実施例1と同様に作業し、シート状多孔質体を得た。

このシート状多孔質体の比重は第1図に示すとおり0.51~0.54(気孔率に換算すると42.2~45.5%)であり、多孔質構造は均一であった。
比較例

実施例1と同様にしてUHP E粉末の金型への充填、加熱および加圧を行なり。

次に、温度140℃の加熱炉中で2時間加熱して焼結した後、温度25℃の室で放冷した。

その後、金型を取り外して丸棒状多孔質体を得、更に実施例1と同様にしてシート状に切削した。

このシート状多孔質体の比重は第1図に示すとおり0.55~0.92(気孔率に換算すると1.6~41.2%)であり、バラツキが大きく、多孔質構造が不均一であった。

(発明の効果)

本発明は上記のように構成されており、加熱および加圧によって得られる予備成形物を脱気し、次いで加熱された水蒸気により焼結するようにしたので、成形物全体に熱が速やかに伝達するので、均一な多孔質体を得ることができる。

4. 図面の簡単な説明

図面は本発明に係る方法および従来法によって得られる多孔質体の比重の測定結果を示すグラフである。

特許出願人

日 東 電 工 株 式 会 社

代表者 鎌 居 五 朗

